

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-267331

(43)Date of publication of application : 29.09.2000

(51)Int.Cl.

G03G 9/08
G03G 9/087
G03G 9/10

(21)Application number : 11-066590

(71)Applicant : FUJI XEROX CO LTD

(22)Date of filing : 12.03.1999

(72)Inventor : SATO SHUJI
YOSHIZAWA HISAE
MAEHATA HIDEO
SUWABE MASAOKI
SUMIKURA YASUO(54) ELECTROSTATIC CHARGE IMAGE DEVELOPING TONER, ITS PRODUCTION,
ELECTROSTATIC CHARGE IMAGE DEVELOPER AND METHOD FOR FORMATION OF IMAGE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain an electrostatic charge image developing toner having excellent electrification property, developing property, transfer property, fixing property and cleaning property and showing both of high picture quality and high reliability by using a toner satisfying all of specified conditions at the same time.

SOLUTION: An electrostatic charge image developing toner containing at least resin particles and a coloring agent is treated to satisfy the following conditions. The conditions are; (a) the distribution index of average volume grain size $GSD_v \leq 1.25$ [wherein $GSD_v = (D_{84V}/D_{16V})^{1/2}$], (b) shape factor $SF1 = 125$ to 140 [wherein $SF1 = (\pi/4) \times (L^2/A) \times 100$, L is the max. length and A is the projected area], (c) accumulated volume average particle size $D_{50V} = 3$ to $7 \mu m$, (d) (proportion of particles having ≤ 120 shape factor $SF1$) $\leq 20\%$ in the number of pieces, (e) (proportion of particles having ≤ 120 shape factor $SF1$ and $\leq 4/5$ diameter of particles calculated as circles) $\leq 10\%$ in the number of pieces (wherein the diameter calculated as circles $= (4A/\pi)^{1/2}$, and A is the projected area of the toner).

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 19.06.2003

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 22.02.2005

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection] 2005-005053

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection] 24.03.2005

(19) 日本国特許庁 (J P) (12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号
特開2000-267331
(P2000-267331A)
(43)公開日 平成12年9月29日 (2000.9.29)

識別記号		F I		チ-コ-リ(参考)	
G 0 3 G	9/08	G 0 3 G	9/08	2 H 0 0 5	
	9/087			3 8 1	
	9/10		9/10		
審査請求 未請求 請求項の要5 O L (全 18 頁)					
(21)出願番号	特願平11-66590	(71)出願人	000065496 富士ゼロックス株式会社 東京都港区赤坂二丁目17番22号		
(22)出願日	平成11年3月12日 (1999.3.12)	(72)発明者	佐藤 修二 神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロ ックス株式会社内		
		(72)発明者	吉沢 久江 神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロ ックス株式会社内		
		(74)代理人	100072844 弁護士 萩原 亮一 (外2名)		
			最終頁に続く		

(54)【発明の名称】 静電荷電現象用トナー及びその製造方法 静電荷電現象利用並びに画像形成方法

(57)【要約】

【課題】 帯電性、現像性、転写性、定着性、クリーニング性に優れた静電荷電現象用トナー及び現像剤の提供と、高画質と高信頼性を備えた画像形成方法の提供を目的とする。

【解決手段】 少なくとも樹脂粒子と着色剤を含む凝集粒子を融合してなる静電荷電現象用トナーにおいて、前記トナーが下記式を同時に満たすことを特徴とする静電荷電現象用トナー及びその製造方法、静電荷電現象利用並びに画像形成方法である。

①GSD_v≤1.25、②SFI=125～140、③D₅₀^W=3～7 μm、④(SFI≤120の粒子)≤20個数%、⑤(SFI≥150の粒子)≤20個数%、⑥(SFI≤120で、かつ円相当径≤4/5以下の粒子)≤10個数%。

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくとも樹脂粒子と着色剤を含む静電荷電現象用トナーにおいて、前記トナーが下記式を同時に満たすことを特徴とする静電荷電現象用トナー：

- (a) 平均体積粒度分布指標GSD_v≤1.25、
(ただし、GSD_v=(D₈₄^W/D₁₆^W)^{1/2})
(b) 形状係数SFI=1.25～1.40、
(ただし、SFI=(π /4)×(L²/A)×1.0
0、Lは最大長、Aは投影面積を表す)
(c) 累積体積平均粒度D₅₀^W=3～7 μm、
(d) (形状係数SFIが1.20以下の粒子の個数) ≤
2.0個数%、
(e) (形状係数SFIが1.50以上の粒子の個数) ≤
2.0個数%、
(f) (形状係数SFIが1.20以下で、かつ円相当径の4/5以下の粒子の個数) ≤1.0個数%、
(ただし、円相当径=(4A/π)^{1/2}Aはトナーの投影面積を表す。)

【請求項2】 少なくとも樹脂粒子と着色剤を含む静電荷電現象用トナーにおいて、前記トナーが下記式を同時に満たすことを特徴とする静電荷電現象用トナー。
(e) 平均体積粒度分布指標GSD_v≤1.25、
(ただし、GSD_v=(D₈₄^W/D₁₆^W)^{1/2})
(h) 形状係数SFI=1.25～1.40、
(ただし、SFI=(π /4)×(L²/A)×1.0
0、Lは最大長、Aは投影面積を表す)

- (i) 累積体積平均粒度D₅₀^W=3～7 μm、
(j) (形状係数SFIが1.20以下の粒子の個数) ≤1.0個数%、
(k) (形状係数SFIが1.50以上の粒子の個数) ≤1.0個数%、
(l) (形状係数SFIが1.20以下で、かつ累積体積平均粒度D₅₀^Wが4.5 μm以下の粒子の個数) ≤4個数%。

【請求項3】 少なくとも1種の樹脂粒子分散液と、少なくとも1種の着色剤分散液とを混合し、凝集剤を添加して凝集粒子を形成した後、前記樹脂粒子のガラス転移点以上の温度に加熱して前記凝集粒子を融合してトナー粒子を形成することを特徴とする請求項1又は2記載の静電荷電現象用トナーの製造方法。

【請求項4】 キヤリアとトナーとからなる前電荷現像剤において、前記トナーが請求項1又は2記載の静電荷電現象用トナーを使用することを特徴とする静電荷電現象利用。

【請求項5】 静電荷電特性上に静電潜像を形成する工程、現像剤で前記静電潜像を現像してトナー画像を形成する工程、転写体上に前記トナー画像を転写する工程、及び前記転写画像を定着する工程を含む画像形成方法において、前記現像工程で請求項4記載の静電荷電現象利用を使用することを特徴とする画像形成方法。

(2)

2

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、電子写真法、静電記録法などにより形成される静電荷電像を現像するときに用いる静電荷電現象用トナー及びその製造方法、静電荷電現象利用、並びに静電荷電現象利用を用いる画像形成方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 電子写真法など静電荷電を経て画像情報を可視化する方法は、現在様々な分野で利用されている。電子写真法においては、帯電、露光工程により感光体上に、静電荷電像を形成し、トナーを含む現像剤で静電荷電を現像し、転写、定着工程を経て可視化される。

【0003】 ここで用いられる現像剤は、トナーとキヤリアとからなる2成分現像剤と、磁性トナーまたは非磁性トナーを単独で用いる1成分現像剤がある。これらの現像剤に用いるトナーの製造は、通常熱可塑性樹脂を原料、帯電抑制剤、ワックス等の離型剤と共に溶融混練し冷却した後、微粉砕し、さらに分級する湿潤粉砕法が一般的である。この湿潤粉砕法により製造されたトナー粒子は、流動性やクリーニング性を改善するために無機微粒子や有機微粒子をトナー粒子表面に添加して使用される。

【0004】 従来の湿潤粉砕法で製造されるトナー粒子は、トナー形状が不定型であり、トナー粒子の表面組成も均一でない。使用材料の粉砕性や粉砕条件によりトナー粒子の形状及び表面組成は微細に変化するが、意図的にこれらを制御することはできない。特に粉砕性の低い材料を用いてトナー粒子を製造すると、現像機内でせん断力などの機械力を受けてトナー粒子は崩壊し微粉を生じたり、トナー粒子の形状を変化させる。

【0005】 これらの影響により2成分現像剤においては、トナー粒子から発生した微粉がキヤリアに固着して現像剤の帯電劣化を加速したり、1成分現像剤においては、トナー粒子の粒度分布を拡大しトナー飛散を生じたり、トナー粒子の形状の変化による現像性の低下を来し、画質の劣化要因となっている。

【0006】 また、トナー粒子形状が不定型であると、流動性助剤を添加しても流動性を改善することができない、現像機内でせん断力等の機械力を受けて流動性助剤の微粒子がトナー粒子の凹部へ埋没し、経時的にトナーの流動性が低下するからである。その結果、現像性、転写性、クリーニング性を悪化するという問題が発生する。また、このようなトナーをクリーニング工程で回収して再び現像機に戻して使用すると、更に画質の低下を招く。これらの不都合を回避するために更に流動性助剤を増加することも考えられるが、感光体上に黒点が発生したり、流動性助剤の飛散が生じるという問題がある。

【0007】 一方、ワックス等の離型剤を内添した熱可塑性樹脂含有トナーにおいて、トナー粒子表面への離型

(3)

析の露出が生じることが多い。特に高分子量成分により弾性が付与されてやや粉砕されにくい結着樹脂と、ポリエチレンのような脆いワックスとを組み合わせたトナーにおいては、トナー粒子表面にポリエチレンの露出が多々見られる。このようなトナーは、定着時の離型性や感光体からの未転写トナーのクリーニングがには有利であるが、トナー粒子表面のポリエチレンが現像機内のせん断力等によりトナー粒子表面から離脱し、現像ロールや感光体、キャリア等と容易に移行して汚染する。これらの汚染は現像剤の信頼性を低下させる。

【0008】このような状況の下で、近年トナー粒子の形状及び表面組成を意図的に制御して前記の問題を解消しようとする試みがあり、特に湿式法でトナーを製造する研究が盛んになった。例えば特開昭63-282749号公報や、特開平6-250439号公報では、乳化重合等により樹脂粒子分散液を調整し、水系媒体（溶媒）に着色剤を分散した着色剤分散液を調整し、両者を混合して加熱することによりトナー粒径に相当する凝集粒子を形成し、さらに温度を上げて凝集粒子を融合してトナーを製造する乳化重合凝集法が提案された。

【0009】また、近年高画質化への要求が高まり、特にカラー画像形成において高精細な画像を再現するために、トナーの小径化かつ粒径均一化の要請が高まっている。粒径分布が広いトナーを用いて画像形成を行うと、密着側のトナーが現像ロール、帯電ロール、帯電アプレー、感光体、キャリアなどを汚染したり、トナーを飛散するという問題が顕著になり、高画質と高信頼性とを同時に実現することが困難である。また、粒径分布の広いトナーは、クリーニング機能やトナリサイクル機能等を有するシステムにおいても高信頼性を得ることはできない。

【0010】他方、小粒径化トナーは特に転写工程でのトラブルが発生しやすく、高画質化を阻む要因となる。これは小粒径化トナーの感光体への化学的付着力、例えばフテンアルコーレス力など非静電的付着力が増加するためであると考えられている。このような問題を改善するために、トナーと感光体との間の付着力を適切に制御することが必要であり、例えばトナーの形状及び表面組成の制御が必要となる。

【0011】従来の焼結粉砕法では、前記のように小粒径でかつ粒径均一な形状のトナーを製作することは非常に困難であり、原理的にも小粒径トナーほど形状歪みが大きくなることから、上記転写工程における問題を回避することはできない。そこで、湿式法の中でも特に小径化かつ粒径均一化したトナー粒子の作製が容易である乳化重合凝集法の研究が盛んに行われている。

【0012】しかし、乳化重合凝集法によるトナー粒子の作製において、仮に不定形の凝集粒子を形成しても、加熱融合工程でより滑らかな球形に移行する、即ち表面積を低下させる方向へ反応が進行するため、小粒径トナ

4

ーほど表面積が小さく球形度が高くなり、大粒径トナーほど不定形度が高いという原理的な面を有している。他方、トナーの転写品質、転写効率、クリーニング性、トナー耐久性等の特性はトナー形状に影響されるところから、前記特性を備えたトナーを得るためには、トナー形状分布の最適化が要求される。

【0013】そこで、例えば特開昭61-279864ではトナー形状係数 $SF1 = \{ ((最大径) / (投影面積)) \times (\pi / 4) \times 100 \}$ （トナー歪みを表す指標）と $SF2 = \{ ((周径) / (投影面積)) \times (1 / 4\pi) \times 100 \}$ （表面凹凸を表す指標）を $SF1 = 120 \sim 180$ 、 $SF2 = 110 \sim 130$ の範囲内に制御することによりいわゆるジャガイモ形状のトナーを提案している。しかし、 $SF1 = 120$ ではジャガイモ形状とは言い難く、かりに平均値を120としても、より球形に近いトナーを相当量含有することになるので、高速機での長期のクリーニング性に問題が残る。また $SF1 = 180$ ではトナーはほぼ不定形であり、長期の耐久性、転写性に問題がある。

【0014】これに対して特開平6-148926号公報及び特開平6-148941号公報では、形状係数 $SF1$ （トナー歪みを表す指標）における球形係数の割合と不定形制粒子の割合を一定函数以下（30個数%以下）に抑えることが提案されている。しかし、前記の条件では、小粒径で球形のトナー粒子や大粒径で不定形のトナー粒子を十分に排除できないため、クリーニング性に支障をきたしたり、画質低下を来す。そして、トナー中に含まれる微粉が現像機内、感光体、中間転写体などを汚染する。

【0015】【発明が解決しようとする課題】本発明は、従来のトナーにおける上記問題点を解消し、以下の課題を解決しようとするものである。

1. 帯電性、現像性、転写性、定着性、クリーニング性に優れ、高画質と高信頼性とを備えた静電荷像現像用トナー及びその製造方法、静電荷像現像剤を提供すること。

2. 転写効率が高く、トナー消費量が少なく、しかも寿命の長い二成分系の静電荷像現像剤に好適な静電荷像現像用トナーを提供すること。

3. クリーナーから回収されたトナーを再使用するトナリサイクルシステムへの適性が優れ、光透過性、着色性に優れた高画質を得ることができる画像形成方法を提案すること。

【0016】【課題を解決するための手段】（1）少なくとも樹脂粒子と着色剤を含む静電荷像現像用トナーにおいて、前記トナーが下記式を同時に満たすことを特徴とする静電荷像現像用トナー。

(i) 平均体積粒度分布指標 $GSDn \leq 1.25$ 、

(4)

(i) $GSDv = (D_{84v} / D_{16v})$

(ii) 形状係数 $SF1 = 125 \sim 140$ 、

(ただし、 $SF1 = (\pi / 4) \times (L^2 / A) \times 100$ 、 L は最大長、 A は投影面積を表す)

(iii) 累積体積平均粒径 $D_{50v} = 3 \sim 7 \mu m$ 、

(iv) (形状係数 $SF1$ が120以下の粒子の個数) ≤ 20 個数%、

(v) 形状係数 $SF1$ が150以上の粒子の個数) ≤ 20 個数%、

(vi) (形状係数 $SF1$ が120以下で、かつ円相当径の4/5以下の粒子の個数) ≤ 10 個数%、

(ただし、円相当径 $= (4A / \pi)^{1/2}$ 、 A はトナーの投影面積を表す)

【0017】（2）前記トナーが下記式を同時に満たすことを特徴とする前記(i)記載の静電荷像現像用トナー。

(vi) 平均図紋粒度分布指標 $GSDn \leq 1.25$ 、

(ただし、 $GSDn = (D_{84n} / D_{16n})$)

(vii) 平均個数下粒度分布指標 $GSDn_{down} \leq 1.25$ 、

(ただし、 $GSDn_{down} = (D_{50n} / D_{16n})$)

(3) 前記トナーが下記式を満たすことを特徴とする前記(i)又は(ii)記載の静電荷像現像用トナー。

(ix) (個数平均粒径 D_{50n} の2/3以下の粒子) ≤ 5 個数%、

【0018】（4）少なくとも樹脂粒子と着色剤を含む静電荷像現像用トナーにおいて、前記トナーが下記式を同時に満たすことを特徴とする静電荷像現像用トナー。

(x) 平均体積粒度分布指標 $GSDv \leq 1.25$ 、

(ただし、 $GSDv = (D_{84v} / D_{16v})$)

(xi) 形状係数 $SF1 = 125 \sim 140$ 、

(ただし、 $SF1 = (\pi / 4) \times (L^2 / A) \times 100$ 、 L は最大長、 A は投影面積を表す)

(xii) 累積体積平均粒径 $D_{50v} = 3 \sim 7 \mu m$ 、

(xiii) (形状係数 $SF1$ が120以下の粒子の個数) ≤ 10 個数%、

(xiv) (形状係数 $SF1$ が150以上の粒子の個数) ≤ 10 個数%、

(xv) (形状係数 $SF1$ が120以下で、かつ累積体積平均粒径 D_{50v} が4.5 μm 以下の粒子の個数) ≤ 4 個数%、

【0019】（5）離型剤を1～30重量%の範囲で含有し、トナー帯電量の絶対値が $10 \sim 40 \mu C/g$ の範囲にあることを特徴とする前記(i)～(4)のいずれか一つに記載の静電荷像現像用トナー。

【0020】（6）少なくとも1種の樹脂粒子分散液と、少なくとも1種の着色剤分散液とを混合し、凝集剤を添加して凝集粒子を形成した後、前記樹脂粒子のガラス転移点以上の温度に加熱して前記凝集粒子を融合してトナー粒子を形成することを特徴とする前記(i)～(5)

6

のいずれか一つに記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【0021】（7）前記凝集粒子分散液に、樹脂粒子分散液、着色剤微粒子分散液、離型剤微粒子分散液の少なくとも1種の微粒子分散液を添加混合して凝集粒子表面に微粒子を付着し、さらに樹脂微粒子分散液を添加混合して凝集粒子表面に前記微粒子を付着した後、前記樹脂粒子のガラス転移点以上の温度に加熱して前記付着粒子を融合してトナー粒子を形成することを特徴とする前記(i)記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【0022】（8）キャリアとトナーとからなる静電荷像現像剤において、前記トナーが前記(i)～(6)のいずれか一つに記載の静電荷像現像用トナーを使用することとを特徴とする静電荷像現像剤。

【0023】（9）静電荷付帯体上に静電潜像を形成する工程、現像剤で前記静電潜像を現像してトナー画像を形成する工程、転写体上に前記トナー画像を転写する工程、及び前記転写画像を定着する工程を含む画像形成方法において、前記現像工程で前記(i)記載の静電荷像現像剤を使用することを特徴とする画像形成方法。

(10) 前記静電荷付帯体及び/又は転写体上に残留するトナーをブレードで除去するクリーニング工程を設けることを特徴とする前記(i)記載の画像形成方法。

(11) 前記クリーニング工程で回収したトナーを現像工程に戻すリサイクル工程を設けることを特徴とする前記(i)記載の画像形成方法。

【0024】

【発明の実施の形態】本発明は、樹脂粒子と着色剤を含む凝集粒子を融合する凝集融合法で下記式を同時に満たす静電荷像現像用トナーの提供を可能にし、かかる特性を備えることにより、帯電性、現像性、転写性、定着性、及びクリーニング性の改善を可能にし、高画質と高信頼性を有する画像の形成を可能にした。

(i) 平均体積粒度分布指標 $GSDv \leq 1.25$ 、

(ただし、 $GSDv = (D_{84v} / D_{16v})^{1/2}$)

(ii) 形状係数 $SF1 = 125 \sim 140$ 、

(ただし、 $SF1 = (\pi / 4) \times (L^2 / A) \times 100$ 、 L は最大長、 A は投影面積を表す)

(iii) 累積体積平均粒径 $D_{50v} = 3 \sim 7 \mu m$ 、

(iv) (形状係数 $SF1$ が120以下の粒子の個数) ≤ 20 個数%、

(v) (形状係数 $SF1$ が150以上の粒子の個数) ≤ 20 個数%、

(vi) (形状係数 $SF1$ が120以下で、かつ円相当径の4/5以下の粒子の個数) ≤ 10 個数%、

(ただし、円相当径 $= (4A / \pi)^{1/2}$ 、 A はトナーの投影面積を表す)

【0025】本発明のトナーにおいて、平均体積粒度分布指標 $GSDv$ が1.25を超えると画像の鮮明度、解像度が低下する。なお、 $GSDv$ とは、体積粒度分布に

15

融され易くなり、いずれの場合も好ましくない。なお、凝型剤は、トナーの保存位の観点からは、その融点が30℃以上が好ましく、40℃以上より好ましく、50℃以上が特に好ましい。

【0057】このようにして形成された凝集粒子又は付着粒子を含む分散液は、軟化点以上の温度、具体的には70～120℃程度の温度で加熱して粒子を融合し、トナー粒子分散液を得る。このトナー粒子分散液は、遠心分離または吸引濾過によりトナー粒子を分離してイオン交換水で1～3回洗浄した後、一旦トナー粒子を識別し、さらにイオン交換水で1～3回洗浄し、乾燥することによって本発明の静電荷像現像用トナーを得ることができる。

【0058】上記のようにして得られた本発明の静電荷像現像用トナーは、その累積体積平均径が3～7μmであり、体積平均粒度分布GSD_vを1.25以下にすることにより、画像の鮮鋭性及び解像度を維持することができ、形状係数SF1を1.25～1.40にすることにより、トナー流動性及び転写性を維持でき、かつ形状係数SF1の値が1.20以下の粒子の個数%を2.0個数%以下、1.50以上の粒子を2.0個数%以下、円相当径の4/5以下で形状係数1.20以下の粒子を1.0個数%以下にすることにより、長期にわたる良好なクリーニング性、転写特性の維持を可能にした。特に、円相当径の4/5以下で、形状係数1.20以下の粒子を1.0個数%以下にすることにより、クリーニング性を抑えより改善することができるようになった。このような静電荷像現像用トナーは従来得ることができなかったが、トナー粒子の粒度分布のうち特に微粉側の粒度分布をシャープにすることにより、上記範囲の形状特性を得ることができ、長期にわたるクリーニング性を高い水準で維持するのに有効である。

【0059】本発明の静電荷像現像用トナーは、帯電量の絶対値が10～40μC/g、好ましくは1.5～3.5μC/gの範囲に達するのである。帯電量の絶対値が10μC/gを下回ると背景部汚れが発生し易くなり、40μC/gを超えると画像濃度の低下が発生し易くなる。また、静電荷像現像用トナーの真湯(28℃、85%RH)における帯電量と冬曇(10℃、1.5%RH)における帯電量の比が0.7～1.3の範囲がより好ましい。前記比率が、この範囲を外れると、トナー環境依存性が強くなり、トナー帯電の安定性に欠けるので好ましくない。

【0060】本発明のトナーについて、ガルーミエーシヨクロマトグラフィーを用いて重量平均分子量(M_w)と数平均分子量(M_n)を測定するときに、その比(M_w/M_n)で表される分子量分布は2～3.0の範囲が好ましく、3～2.0の範囲がより好ましい。前記分子量分布(M_w/M_n)が3.0を超えると光透過性、着色性が十分でなく、特にフィルム上に静電荷像現像用トナ

(9)

16

ーを現像しない定着させるときに、光透過により映し出される画像が不鮮明で暗い画像となるか、不適適で着色しない、投影画像となる。(M_w/M_n)が2を下回ると高濃度着時におけるトナーの粘度低下が顕著になり、オフセットが発生し易くなる。前記分子量分布(M_w/M_n)が、前記の数値範囲外にあると、光透過性、着色性が十分である上、高濃度着時における静電荷像現像用トナーの粘度低下を防止し、オフセットの発生を効果的に抑制することができる。

【0061】このようにして得られた本発明の静電荷像現像用トナーは、荷電性、現像性、転写性、定着性、クリーニング性等の諸特性、長期にわたるクリーニング性に優れる。また、環境条件に影響を受けず前記諸性能を安定に発揮・維持するので、信頼性が高い。この静電荷像現像用トナーは、本発明の静電荷像現像用トナーの製造方法により製造されるので、連続製造法等により製造される場合と異なり、その平均径が小さく、しかもその粒度分布がシャープである。

【0062】このようにして得たトナー粒子は、シリカ、アルミナ、チタニア、炭酸カルシウムなどの無機微粒子や、ビニル系樹脂、ポリエスデル、シリコンなどの樹脂微粒子を乾燥状態で剪断力にかけてトナー粒子表面に添加して、流動性助剤やクリーニング助剤として用いることができる。前記無機微粒子は、前記のものに加えて炭酸マグネシウム、リン酸三カルシウム、炭化セリウム等の通常トナーの外添剤として使用される綿線粒子を使用できる。前記有機微粒子は通常トナーの外添剤として使用される総ての微粒子も使用できる。また、清剤としては、例えば、エチレンビスステアリン酸アミド、ステイン酸アミド等の脂肪族アミド、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸カルシウムなどの脂肪族金属塩が挙げられる。

【0063】本発明の静電荷像現像剤は、前記の静電荷像現像用トナーを含有することを特徴とし、その外は特に制限はない。その使用目的に応じて成分組成を適宜選択することができる。例えば本発明の静電荷像現像剤は、本発明の静電荷像現像用トナーを単独で用いて一成分系の静電荷像現像剤として調整してもよいし、また、キャリアと組み合わせ用いて二成分系の静電荷像現像剤として調整してもよい。

【0064】前記キャリアも特に制限はなく、例えば、特開昭62-39879号公報、特開昭56-11461号公報等に記載された樹脂被覆キャリア等の公知のキャリアを使用することができる。前記静電荷像現像剤におけるトナーとキャリアの混合比は、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができる。

【0065】本発明の画像形成方法は、静電潜像形成工程、トナー画像形成工程、転写工程、及びクリーニング工程を含む。前記各工程は、それぞれ一般的な工程であり、例えば、特開昭56-40868号公報、特開昭4

(10)

17

9-91231号公報等に記載されている。なお、本発明の画像形成方法は、それ自体公知のコピー機、フランクシミリ機等の画像形成装置を用いて実施することができる。

【0066】静電潜像形成工程は、静電潜像担体上に静電潜像を形成する工程である。トナー画像形成工程は、現像剤担体上の現像剤層により静電潜像を現像してトナー画像を形成する工程である。現像剤層としては、本発明の静電荷像現像用トナーを含んでいれば特に制限はない。転写工程は、トナー画像を転写体上に転写する工程である。クリーニング工程は、静電潜像担体上に残留する静電荷像現像剤を除去する工程である。

*

—樹脂粒子分散液(1)の調製—

ステレン
nブチルアクリレート
アクリル酸
ドデカンチオール
四臭化炭素

前記成分を混合し溶解して溶液を調整し、フラスコ中でイオン交換水550gに非イオン性界面活性剤(三洋化成社製、ノニボル400)8g及びアニオン性界面活性剤(第一工業製薬社製、ネオゲンSC)12gを溶解し、その溶液中に前記成分の溶液を添加分散して乳化し、10分間ゆっくりと混合しながら、イオン交換水50gに過硫酸アゾモニウム(和光純薬社製)4gを溶解した溶液を投入し、フラスコ内を室温で置換した後、攪拌しながらフラスコ内容物が70℃になるまでオイルバス※

※

【0069】

ステレン
nブチルアクリレート
アクリル酸

前記成分を混合し溶解して溶液を調整し、フラスコ中でイオン交換水550gに非イオン性界面活性剤(三洋化成社製、ノニボル400)8g及びアニオン性界面活性剤(第一工業製薬社製、ネオゲンSC)12gを溶解し、その溶液中に前記成分の溶液を添加分散して乳化し、10分間ゆっくりと混合しながら、イオン交換水50gに過硫酸アゾモニウム(和光純薬社製)4gを溶解★

★

—樹脂粒子分散液(3)の調製—

ステレン
nブチルアクリレート
アクリル酸
ドデカンチオール
四臭化炭素

前記成分を混合し溶解して溶液を調整し、フラスコ中でイオン交換水550gに非イオン性界面活性剤(三洋化成社製、ノニボル400)8g及びアニオン性界面活性剤(第一工業製薬社製、ネオゲンSC)12gを溶解し、その溶液中に前記成分の溶液を添加分散して乳化し、10分間ゆっくりと混合しながら、イオン交換水5

60

18

【0067】本発明の画像形成方法においては、さらにリサイクル工程も含む態様が好ましい。リサイクル工程は、クリーニング工程で回収された静電荷像現像用トナーを現像剤層に移す工程である。このリサイクル工程を含む態様の画像形成方法は、トナーリサイクルシステムダイアのコピー機、フランクシミリ機等の画像形成装置を用いて実施することができる。また、クリーニング工程を省略し、現像と同時にトナーを回収する態様のリサイクルシステムにも適用することができ、

15

【0068】以下に実施例を示すが、これらにより本発明は何ら限定されるものではない。

※

※で加熱し、5時間そのまま乳化重合を継続した。その後、反応液を室温まで冷却し、ガラス転移点T_g61.0℃、重量平均分子量M_w160000の樹脂粒子分散液を得た。さらに、遠心沈降式分離装置(コクサ社製)で低分子量浮遊成分(総固形分に対して約2重量%)を除去して精製し、ガラス転移点T_g61.5℃、重量平均分子量M_w170000の樹脂粒子分散液(1)を調製した。

【0069】

.....320g
.....180g
.....8g

★した溶液を投入し、フラスコ内を室温で置換した後、攪拌しながらフラスコ内容物が70℃になるまでオイルバスで加熱し、5時間そのまま乳化重合を継続した。その後、反応液を室温まで冷却し、ガラス転移点T_g56.0℃、重量平均分子量M_w500000の樹脂粒子分散液(2)を得た。

【0070】

.....300g
.....100g
.....8g
.....24g
.....4g

0gに過硫酸アゾモニウム(和光純薬社製)4gを溶解した溶液を投入し、フラスコ内を室温で置換した後、攪拌しながらフラスコ内容物が70℃になるまでオイルバスで加熱し、5時間そのまま乳化重合を継続した。その後、反応液を室温まで冷却し、ガラス転移点T_g60.5℃、重量平均分子量M_w350000の樹脂粒子分散液

(13)

23

樹脂粒子分散液(1)
樹脂粒子分散液(2)
着色剤分散液(4)
離型剤分散液

カチオン界面活性剤 (花王製サニゾールB50)

・・・2.0g

前記成分を丸型ステンレス製フラスコ中でホモジナイザ
ー(ウルトララタックスT50、IKA社製)で実施例

＊イソルバスの温度を上げて5.4℃で1時間保持した。得ら
れた付着粒子の平均粒径を測定したところ5.3μmで
あった。

【0087】

この付着粒子分散液にアニオ
ン性界面活性剤 (第一工業製薬社製、ネオゲンSC) 3

gを追加した後、前記フラスコを密閉し、磁力ジールを

用いて攪拌を継続しながら8.5℃まで緩やかに加熱して

6.0分間保持した後、さらに9.7℃まで加熱して4時間

保持して付着粒子を融合した。その後、冷却、ろ通し、

イオン交換水で5回洗浄した後、真空乾燥機を用いて乾

燥させることによりトナー粒子を得た。

【0088】

この付着粒子分散液に、樹脂

粒子分散液(1) 6.0gを緩やかに添加し、更に加熱用オ

※実施例5)

・・・200g

着色剤分散液(1)

・・・20g

離型剤分散液

・・・2.0g

カチオン界面活性剤 (花王製サニゾールB50)

・・・2.0g

＊イソルバスの温度を上げて5.4℃で1時間保持した。得ら

れた付着粒子の平均粒径を測定したところ5.2μmで

あった。

【0090】

この付着粒子分散液にアニオ
ン性界面活性剤 (第一工業製薬社製、ネオゲンSC) 3

gを追加した後、前記フラスコを密閉し、磁力ジールを

用いて攪拌を継続しながら8.5℃まで緩やかに加熱して

6.0分間保持した後、さらに9.7℃まで加熱して4時間

保持して付着粒子を融合した。その後、冷却、ろ通し、

イオン交換水で5回洗浄した後、真空乾燥機を用いて乾

燥させることによりトナー粒子を得た。

【0091】

この付着粒子分散液に、樹脂

粒子分散液(1) 6.0gを緩やかに添加し、更に加熱用オ

※実施例6)

・・・140g

樹脂粒子分散液(1)

・・・60g

着色剤分散液(1)

・・・20g

離型剤分散液

・・・20g

カチオン界面活性剤 (花王製サニゾールB50)

・・・1.3g

時間保持した後、凝集粒子の平均粒径を測定したところ

5.1μmであった。

【0092】

この付着粒子分散液に、樹脂

粒子分散液(1) 6.0gを緩やかに添加し、更に加熱用オ

イソルバスの温度を上げて5.4℃で1時間保持した。得ら

れた付着粒子の平均粒径を測定したところ5.3μmで

あった。

【0093】

この付着粒子分散液にアニオ

ン性界面活性剤 (第一工業製薬社製、ネオゲンSC) 3

gを追加した後、前記フラスコを密閉し、磁力ジールを

用いて攪拌を継続しながら8.5℃まで緩やかに加熱して

6.0分間保持した後、さらに9.7℃まで加熱して4時間

保持して付着粒子を融合した。その後、冷却、ろ通し、

イオン交換水で5回洗浄した後、真空乾燥機を用いて乾

燥させることによりトナー粒子を得た。

【0094】

この付着粒子分散液に、樹脂

粒子分散液(1) 8.0gを緩やかに添加し、更に加熱用オ

※実施例7)

・・・140g

樹脂粒子分散液(1)

・・・60g

着色剤分散液(1)

・・・20g

離型剤分散液

・・・2.0g

カチオン界面活性剤 (花王製サニゾールB50)

・・・2.0g

25

ン性界面活性剤 (第一工業製薬社製、ネオゲンSC) 3
gを追加した後、前記フラスコを密閉し、磁力ジールを
用いて攪拌を継続しながら8.5℃まで緩やかに加熱して
6.0分間保持した後、さらに9.7℃まで加熱して4時間＊

【実施例7】

(凝集工程)

樹脂粒子分散液(1)

・・・140g

樹脂粒子分散液(2)

・・・60g

着色剤分散液(1)

・・・20g

離型剤分散液

・・・20g

カチオン界面活性剤 (花王製サニゾールB50)

・・・1.0g

前記成分を丸型ステンレス製フラスコ中でホモジナイザ
ー(ウルトララタックスT50、IKA社製)で実施例

＊イソルバスの温度を上げて5.4℃で1時間保持した。得ら
れた付着粒子の平均粒径を測定したところ5.2μmで
あった。

1と同様に混合分散した後、加熱用オイルバスでフラス

コを攪拌しながら4.0℃まで緩やかに加熱して6.0分間

保持した。その後5.0℃まで加熱して6.0分保持した

後、コールターカウンダー(コールター社製アルチサイ

ザー2)で粒径を測定したところ4.8μmであった。

さらに、加熱用オイルバスの温度を5.2℃まで上げて1

時間保持した後、凝集粒子の平均粒径を測定したところ

5.0μmであった。

【0095】

この付着粒子分散液に、樹脂

粒子分散液(1) 6.0gを緩やかに添加し、更に加熱用オ

※実施例8)

・・・120g

樹脂粒子分散液(1)

・・・40g

着色剤分散液(1)

・・・20g

離型剤分散液

・・・20g

カチオン界面活性剤 (花王製サニゾールB50)

・・・2.0g

＊イソルバスの温度を上げて5.4℃で1時間保持した。得ら

れた付着粒子の平均粒径を測定したところ5.0μmで

あった。

【0099】

この付着粒子分散液にアニオ
ン性界面活性剤 (第一工業製薬社製、ネオゲンSC) 3

gを追加した後、前記フラスコを密閉し、磁力ジールを

用いて攪拌を継続しながら8.5℃まで緩やかに加熱して

6.0分間保持した後、さらに9.7℃まで加熱して4時間

保持して付着粒子を融合した。その後、冷却、ろ通し、

イオン交換水で5回洗浄した後、真空乾燥機を用いて乾

燥させることによりトナー粒子を得た。

【0100】

この付着粒子分散液に、樹脂

粒子分散液(1) 8.0gを緩やかに添加し、更に加熱用オ

※実施例9)

・・・140g

樹脂粒子分散液(1)

・・・60g

着色剤分散液(1)

・・・20g

離型剤分散液

・・・20g

カチオン界面活性剤 (花王製サニゾールB50)

・・・2.0g

前記成分を丸型ステンレス製フラスコ中でホモジナイザ

ー(ウルトララタックスT50、IKA社製)で実施例

＊イソルバスの温度を上げて5.2℃で1時間保持した。得ら

れた付着粒子の平均粒径を測定したところ4.9μmであ

った。

【0096】

この付着粒子分散液にアニオ
ン性界面活性剤 (第一工業製薬社製、ネオゲンSC) 3

gを追加した後、前記フラスコを密閉し、磁力ジールを

用いて攪拌を継続しながら8.5℃まで緩やかに加熱して

6.0分間保持した後、さらに9.7℃まで加熱して4時間

保持して付着粒子を融合した。その後、冷却、ろ通し、

イオン交換水で5回洗浄した後、真空乾燥機を用いて乾

燥させることによりトナー粒子を得た。

【0097】

この付着粒子分散液に、樹脂

31

gを追加した後、前記プラスチックを密閉し、磁カシールを用いて密封を継続しながら97℃まで加熱して1時間保持して付着粒子を融合した。その後、冷却、ろ過し、イオン交換水で5回洗浄した後、真空乾燥機を用いて乾燥させることによりトナー粒子を得た。

【0118】〔静電荷後現像用トナー特性評価〕乾燥後の実施例及び比較例のトナーについて以下の特性評価を行った。

平均粒径 $GSD_v = (D_{94V} / D_{16V})^{1/2}$

平均偏数 $GSD_n = (D_{94n} / D_{16n})^{1/2}$

平均偏数 $GSD_{n down} = (D_{50n} / D_{16n})^{1/2}$

形状係数 $SFI = [(最大長) \times (\pi/4) / (投影面積)] \times 100$

$SFI \leq 120$ のトナー粒子の偏数%

$SFI \leq 150$ のトナー粒子の偏数%

$SFI \leq 120$ でかつ円相当径(ヘイウ径) $\times (4/5)$ の粒子の偏数%

ただし、円相当径 $= [(4/\pi) \times (投影面積)]^{1/2}$

【0119】〔静電荷後現像剤の製造〕実施例及び比較*

(17)

*例のトナー50gに対し、疎水性シリカ(TS720:キヤバット社製)を0.5g添加し、サンブルミルで混合して分散処理したトナーを得た。ポリメチルメタクリレート樹脂(総研化学社製)を1重量%添加した平均体積粒径D50が5.0μmのフエライトキヤリアに対し、トナー濃度が5重量%になるように前記のトナーを秤量し、ボールミルで5分間攪拌・混合して静電荷後現像剤を製造した。

32

【0120】〔静電荷後現像剤の実機評価〕この静電荷後現像剤を画像形成装置(富士ゼロックス社製、A-COLOR630改造機)に投入して初期から5000枚の走行試験を実施し、走行前後のクリーニン性、転写性、及び画質評価を行った。評価の結果を表1に示した。転写性の判定基準と以下のとおりである。

○：転写むらが観察されず良好、
△：濃度むらがややある、
×：クリーニン性の判定基準は以下のとおりである。
○：白抜けがなく良好、
△：白抜けがややある、
×：白抜けがある。

【0121】

【表1】

	樹脂	原料	D _{50V}	GSD ^a	GSD _{down} ^b	GSD _{down} ^c	SFI	SFI ≤120 の粒子の 偏数	SFI ≤160 の粒子の 偏数	SFI ≤120 で円 相当径の5/16 以下の粒子の偏数	SFI ≤120 の粒子の偏数
実施例 1	(1)+(2)	(1)	5.0	1.20	1.20	1.21	128	10.3	5.2	0	1.5
実施例 2	(1)+(2)	(2)	5.2	1.21	1.20	1.21	130	12.5	5.2	0	2.2
実施例 3	(1)+(2)	(3)	5.1	1.21	1.20	1.21	131	11.6	5.2	0	1.8
実施例 4	(1)+(2)	(4)	5.3	1.21	1.21	1.22	130	10.7	5.2	0	2.4
実施例 5	(3)	(1)	5.2	1.21	1.21	1.22	131	13.8	5.2	0	2.4
実施例 6	(1)+(2)	(2)	5.3	1.23	1.23	1.24	131	15.7	5.2	1	3.0
実施例 7	(1)+(2)	(2)	5.2	1.25	1.25	1.25	132	19.4	5.2	3	4.8
実施例 8	(1)+(2)	(1)	5.1	1.20	1.20	1.21	133	9.7	5.2	0	1.5
実施例 9	(1)+(2)	(1)	5.1	1.20	1.20	1.21	136	12.5	5.2	3	1.9
実施例 10	(1)+(2)	(1)	3.7	1.20	1.20	1.21	139	10.5	5.2	5	1.7
実施例 11	(1)+(2)	(1)	6.8	1.20	1.20	1.21	130	11.3	5.2	0	2.0
比較例 1	(1)+(2)	(1)	5.3	1.26	1.26	1.27	130	22.5	5.2	11	6.9
比較例 2	(1)+(2)	(1)	5.1	1.21	1.21	1.22	134	25.3	5.2	5	2.5
比較例 3	(1)+(2)	(1)	5.0	1.21	1.21	1.22	140	5.3	5.2	0	3.0

【0122】

【表2】

33

(18)

34

	5000枚走行後の転写性	5000枚走行後のクリーニング性	画質評価
実施例1	○	○	良好
実施例2	○	○	良好
実施例3	○	○	良好
実施例4	○	○	良好
実施例5	○	○	良好
実施例6	○	○	良好
実施例7	○	○	良好
実施例8	○	○	良好
実施例9	○	○	良好
実施例10	○	○	良好
実施例11	○	○	良好
比較例1	○	×	1000枚より白抜け
比較例2	○	△	3000枚より白抜け
比較例3	△	○	2000枚より濃度ムラ

【0123】

【発明の効果】本発明は、上記の構成を採用することにより、帯電性、現像性、転写性、定着性、クリーニン性に優れ、特にクリーニン性と転写性を長期にわたり良好に維持することができ、高画質と高信頼性を両立する静電荷後現像用トナーの提供を可能にした。その結果、トナーの消費量を抑制することができ、しかも長寿命の

2成分系静電荷後現像剤の提供を可能にした。また、本発明によると、前記諸特性に優れた静電荷後現像用トナーを容易にかつ簡便に製造できるようになった。さらに、クリーナーから回収されたトナーを再使用するトナーサイクルシステムにおいても適性が高く、長期にわたり高画質の画像形成を可能にした。

フロントページの続き

(72)発明者 前畑 英雄
神奈川県横浜市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内
諏訪部 正明
神奈川県横浜市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内
(72)発明者 角倉 康夫
神奈川県横浜市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内
Fターム(参考) 2H005 AA15 AB03 DA06 DA07 EX05 FA02